

10/52767A

Rec'd PCT/PTO 11 MAR 2005

PCT/JP03/12333

26.09.03

#2

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2002年 9月27日

出願番号
Application Number: 特願2002-282887
[ST. 10/C]: [JP2002-282887]

REC'D 13 NOV 2003	
WIPO	PCT

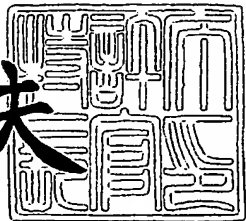
出願人
Applicant(s): 大日本インキ化学工業株式会社

PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年10月30日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 PX020343

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C07C 13/48
C07C 39/14

【発明者】

 【住所又は居所】 埼玉県上尾市本町 3 - 1 1 - 2 コーポ奥隅 A - 2 0 2

 【氏名】 楠本 哲生

【発明者】

 【住所又は居所】 埼玉県さいたま市本郷町 7 5 3 - 3 0 5

 【氏名】 長島 豊

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県佐倉市春路 2 - 2 3 - 1 6

 【氏名】 竹原 貞夫

【発明者】

 【住所又は居所】 埼玉県さいたま市宮原町 3 - 2 8 4 - 1 - 3 0 1

 【氏名】 松本 隆

【特許出願人】

 【識別番号】 000002886

 【氏名又は名称】 大日本インキ化学工業株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100088764

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 高橋 勝利

 【電話番号】 03-5203-7754

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 008257

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9700878

【プルーフの要否】 要

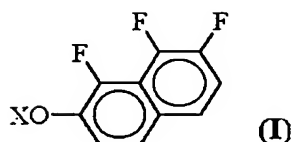
【書類名】 明細書

【発明の名称】 1,7,8-トリフルオロ-2-ナフトール誘導体及びこれを用いた液晶化合物の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式 (I)

【化1】



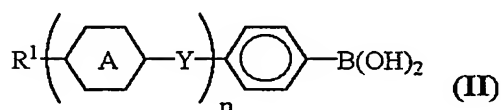
(式中、Xは水素原子または CF_3SO_2 -を表す。) で表される化合物。

【請求項2】 Xが水素原子を表す請求項1記載の化合物。

【請求項3】 Xが CF_3SO_2 -を表す請求項1記載の化合物。

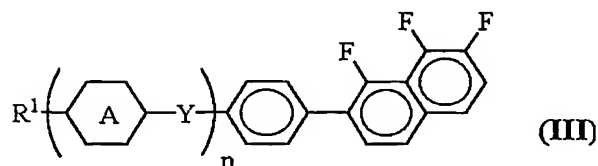
【請求項4】 1,7,8-トリフルオロナフタレン-2-イルトリフルオロメタンスルホナトに、一般式 (II)

【化2】



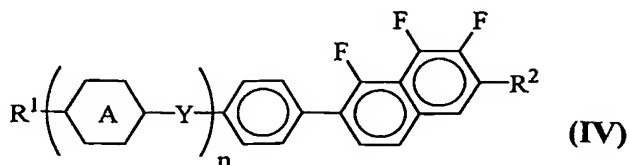
(式中、 R^1 は炭素数1～10の飽和または不飽和のアルキル基を表し、Yは単結合、 $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ または $-\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、Aはトランス-1,4-シクロヘキシレン基又は1,4-フェニレン基を表し、nは0または1を表す。) で表されるボロン酸を触媒存在下反応させ、一般式 (III)

【化3】



(式中、 R^1 、Y、Aおよびnは一般式 (II) における R^1 、Y、Aおよびnと同じ意味を表す。) で表される2-フェニル-1,7,8-トリフルオロナフタレン化合物を製造し、これをアルキル化またはアルコキシル化することを特徴とする一般式 (IV)

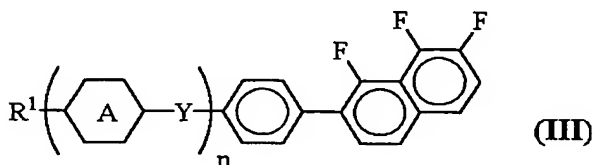
【化4】



(式中、R¹、Y、Aおよびnは一般式 (II) におけるR¹、Y、Aおよびnと同じ意味を表し、R²は炭素数1～10の飽和または不飽和のアルキル基またはアルコキシル基を表す。) で表されるトリフルオロナフタレン化合物の製造方法。

【請求項5】 一般式 (III)

【化5】



(式中、R¹、Y、Aおよびnは一般式 (II) におけるR¹、Y、Aおよびnと同じ意味を表す。) で表されるフェニルナフタレン化合物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、液晶表示材料として有用なトリフルオロナフタレン化合物の製造方法及び、その製造中間体に関する。

【0002】

【従来の技術】

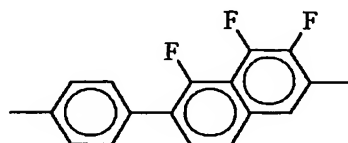
液晶表示素子としては、ねじれ構造を有するTN方式やSTN方式が主に使用されてきた。これらの方式に大きな役割をもつ正の誘電率異方性を有する多くの液晶化合物及び液晶組成物が開発されてきた。一方、上記のねじれ構造を有する表示方式の欠点の一つである視野角の狭さを改善する事を目的として、(1)液晶分子を垂直配向させる方法(VA方式; Vertical Alignment方式、特許文献1参照)や、(2)基板とほぼ平行する電界を印加して液晶分子を基板と平行な面内で回転させる方式(IPS方式; In-Plane Switching方式、特許文献2参照)などの表示方式が提案されている。これらの方式には、上記のねじれ構造を有する表示方式の必

須化合物とされた正の誘電率異方性を有する液晶化合物及び液晶組成物に代わり、誘電率が負の液晶化合物及び液晶組成物が重要な役割を占めることとなり、誘電率異方性が負の液晶化合物及び液晶組成物の提案が行われてきた（特許文献3参照）。

【0003】

以上の目的のために、次の骨格を有する

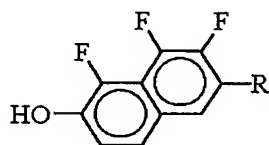
【化6】



トリフルオロナフタレン誘導体が開示されている（特許文献4参照）。同文献において、トリフルオロナフタレン誘導体は、以下に示す化合物を製造中間体として製造されている。

【0004】

【化7】



（式中、Rはアルキル基等を表す。）しかし、このこの中間体を用いた方法ではRが異なる化合物を製造する場合には多数の中間体を用意する必要がある上、当該中間体の製造効率が悪い等の問題点があり、一般式(IV)で表される液晶材料の応用上の妨げとなっていた。

【0005】

【特許文献1】

特開平2-176625号公報

【特許文献2】

特開平5-505247号公報

【特許文献3】

特開平2-4725号公報

【特許文献4】

特開 2001-31597号公報 (18項、34項)

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、誘電率異方性が負の液晶材料の製造中間体として有用な1,7,8-トリフルオロ-2-ナフトール誘導体及び2-フェニル-1,7,8-トリフルオロナフタレン化合物を提供し、これを用いた液晶化合物の製造方法を提供することにある。

【0007】

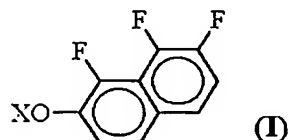
【課題を解決するための手段】

本件発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討した結果、1,7,8-トリフルオロ-2-ナフトールおよびその誘導体を中間体として用いる製造方法を見出し本発明を完成するに至った。

【0008】

すなわち本発明は、一般式 (I)

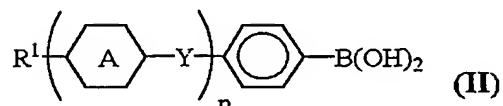
【化8】



(式中、Xは水素原子または CF_3SO_2 -を表す。) で表されるナフトール誘導体を提供し、1,7,8-トリフルオロナフタレン-2-イルトリフルオロメタンスルホナト (一般式 (I) $\text{X}=\text{CF}_3\text{SO}_2$ -) に、一般式 (II)

【0009】

【化9】

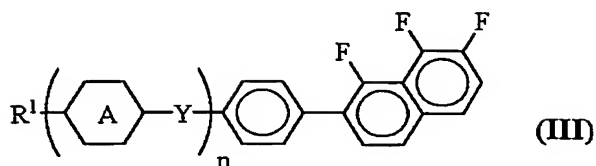


(式中、 R^1 は炭素数1～10の飽和または不飽和のアルキル基を表し、Yは単結合、 $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ または $-\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、Aはトランス-1,4-シクロヘキシレン基、1,4-フェニレン基を表し、nは0または1を表す。) で表されるボロン酸を触媒存在

下反応させ、一般式 (III)

【0010】

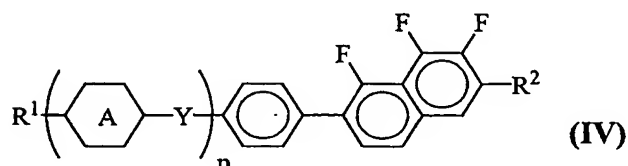
【化10】



(式中、 R^1 、Y、Aおよびnは一般式 (II) における R^1 、Y、Aおよびnと同じ意味を表す。) で表される2-フェニル-1,7,8-トリフルオロナフタレン化合物を製造し、これをアルキル化またはアルコキシル化することを特徴とする一般式 (IV)

【0011】

【化11】



(式中、 R^1 、Y、Aおよびnは一般式 (II) における R^1 、Y、Aおよびnと同じ意味を表し、 R^2 は炭素数1～10の飽和または不飽和のアルキル基またはアルコキシル基を表す。) で表されるトリフルオロナフタレン化合物の製造方法及び一般式 (I II) で表される化合物を提供する。

【0012】

【発明の実施の形態】

一般式 (I) で表される化合物は、7,8-ジフルオロ-2-ナフトールをフッ素化することにより $X=H$ の化合物を得ることができ、さらにこれをトリフルオロメタンスルホン酸無水物と反応させて $X=CF_3SO_2-$ の化合物を得ることができる。

【0013】

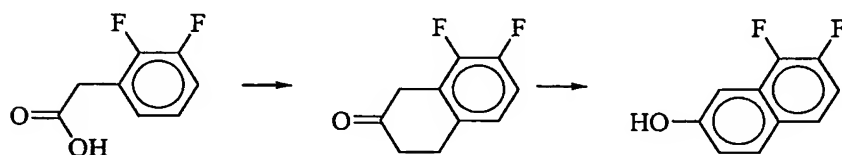
フッ素化はN-フルオロピリジニウムトリフラート、N-フルオロピリジニウムテトラフルオロボラート、N-フルオロ-2,6-ジクロロピリジニウムトリフラート、N-フルオロ-2,6-ジクロロピリジニウムテトラフルオロボラート、N-フルオロ-2,4,6-トリメチルピリジニウムトリフラート、N-フルオロ-2,4,6-トリメチルピリジニウムテトラフルオロボラート、N,N'-ジフルオロ-2,2'-ビピリジニウムビス(テ

トラフルオロボラート)、N-フルオロ-4,6-ジメチルピリジニウム-2-スルホナト等のフルオロピリジニウム類、1-クロロメチル-4-フルオロ-1,4-ジアゾニアビスクロ[2.2.2]オクタンビス(テトラフルオロボラート)等のフルオロアンモニウム類、フッ素ガス、三フッ化臭素、五フッ化ヨウ素などの求電子フッ素化剤を用いることができる。その際、目的とする1,7,8-トリフルオロ-2-ナフトール(一般式(I) X=H) 以外に1,1,7,8-テトラフルオロ-1,2-ジヒドロナフタレン-2-オンが生成することがあるが、その場合、水素等の還元剤を用いて還元することによって容易に1,7,8-トリフルオロ-2-ナフトールに変換できる。

【0014】

ここで、原料となる7,8-ジフルオロ-2-ナフトールは下式に示すように、2,3-ジフルオロフェニル酢酸を酸塩化物にした後、塩化アルミニウム存在下、エチレンと反応させることによって製造できる7,8-ジフルオロ-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-2-オンに臭素等の酸化剤を作用させることによって容易に製造できる。

【化12】



【0015】

一般式(IV)で表される化合物の製造において、一般式(I) (X=CF₃SO₂-)のトリフラートと、一般式(II)のボロン酸を反応させ、一般式(III)で表される化合物を得るタイプの反応は、鈴木カップリングと呼ばれている。

【0016】

本反応には反応溶媒として水と有機溶媒との混合系(2相系)を用いることができる。その有機溶媒としては、反応溶媒としては、アセトニトリル、ベンゾニトリル等のニトリル類、ジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素、1,2-ジクロロエタン、1,1,1-トリクロロエタン等のハロゲン系溶媒、ジエチルエーテル、メチル-t-ブチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル類、酢酸エチル、酢酸メチル、酢酸ブチル等のエステル類、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタ

ン等の飽和炭化水素類、ベンゼン、トルエン、キシレン、クロロベンゼン等のベンゼン類、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド等のアミド類などを単一または混合して用いることができるが、テトラヒドロフラン、トルエンまたはキシレンが好ましい。

【0017】

本反応は有機溶媒または水どちらかの常圧における沸点または共沸温度以上の温度で行うことができる。たとえば、水-THF2相系では80~200℃が好ましく、90~130℃が特に好ましい。

【0018】

本反応に用いる塩基としては炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム等の無機塩基を用いることができるが、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムが好ましく、炭酸ナトリウムまたは炭酸カリウムが特に好ましい。

【0019】

本反応に用いる触媒としては、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム、ジクロロビス(トリフェニルホスフィン)パラジウム、ジクロロ〔ビス(ジフェニルホスフィノ)エタン〕パラジウム、ジクロロ〔ビス(ジフェニルホスフィノ)プロパン〕パラジウム、ジクロロ〔ビス(ジフェニルホスフィノ)ブタン〕パラジウム、ジクロロ〔ビス(ジフェニルホスフィノ)フェロセン〕パラジウム等のパラジウム錯体、テトラキス(トリフェニルホスフィン)ニッケル、ジクロロビス(トリフェニルホスフィン)ニッケル、ジクロロ〔ビス(ジフェニルホスフィノ)エタン〕ニッケル、ジクロロ〔ビス(ジフェニルホスフィノ)プロパン〕ニッケル、ジクロロ〔ビス(ジフェニルホスフィノ)ブタン〕ニッケル、ジクロロ〔ビス(ジフェニルホスフィノ)フェロセン〕ニッケル等のニッケル錯体を上げることができるが、パラジウム錯体が好ましい。

【0020】

さらにこの反応においては、テトラヒドロフラン、ベンゼン、トルエン又はキシレン及び水の2相系溶媒を用い、炭酸ナトリウム又は炭酸カリウム存在下、パ

ラジウム触媒を用いて加熱還流する方法が特に好ましい。

【0021】

一般式 (III) のアルキル化による一般式 (IV) (R^2 がアルキル基の場合) で表されるフェニルナフタレン化合物の製造においてアルキル化は以下のように実施することができる。

【0022】

一般式 (III) のナフタレン環の 6 位を選択的にリチオ化し、これにヨウ化アルキルを反応させるか、又はハロゲン化アリルを反応させることにより一般式 (IV) で表されるフェニルナフタレン化合物を製造する。

【0023】

この反応において、リチオ化はブチルリチウム、s-ブチルリチウム、t-ブチルリチウム等のアルキルリチウムまたはリチウムジイソプロポキシド、リチウムヘキサメチルジシラジド等のリチウムアミドを用いることが好ましい。

【0024】

反応は有機溶媒中で行うことが好ましく、テトラヒドロフラン、ジエチルエーテル、ジメトキシエタン等の非水系の極性溶媒、ベンゼン、トルエン又はキシレン、ヘキサン、ヘプタン等の炭化水素系の溶媒が好ましい。

【0025】

ヨウ化アルキルの具体例としては、ヨウ化メチル、ヨウ化エチル、ヨウ化プロピル、ヨウ化ブチル等が挙げられる。ハロゲン化アリルとしては塩化アリル、臭化アリル、塩化クロチル、臭化クロチル等を挙げることができる。

【0026】

一般式 (III) のアルコキシ化による一般式 (IV) (R^2 がアルコキシ基の場合) で表されるフェニルナフタレン化合物の製造においてアルコキシ化は以下のように実施することができる。

【0027】

一般式 (III) のナフタレン環の 6 位を選択的にリチオ化し、トリメチルボランと反応させさらに過酸化水素を作用させることによって 6 位に水酸基を導入したナフトールを製造することができる。これに、ハロゲン化アルキル又はハロゲ

ン化アリルを反応させることにより一般式 (IV) で表されるフェニルナフタレン化合物を製造する。

【0028】

この反応において、リチオ化はブチルリチウム、s-ブチルリチウム、t-ブチルリチウム等のアルキルリチウムまたはリチウムジイソプロポキシド、リチウムヘキサメチルジシラジド等のリチウムアミドを用いることが好ましい。

【0029】

反応は有機溶媒中で行うことが好ましく、テトラヒドロフラン、ジエチルエーテル、ジメトキシエタン等の非水系の極性溶媒、ベンゼン、トルエン又はキシレン、ヘキサン、ヘプタン等の炭化水素系の溶媒が好ましい。

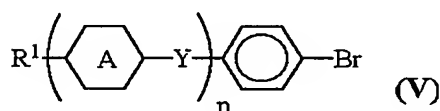
【0030】

ハロゲン化アルキルの具体例としては、ヨウ化メチル、ヨウ化エチル、ヨウ化プロピル、ヨウ化ブチル等、ハロゲン化アリルの具体例としては、塩化アリル、臭化アリル、塩化クロチル、臭化クロチル等を挙げることができる。

【0031】

一般式 (II) で表されるボロン酸は液晶製造中間体としてよく用いられているものであり、たとえば、一般式 (V)

【化13】



(式中、 R^1 、Y、Aおよびnは一般式 (II) における R^1 、Y、Aおよびnと同じ意味を表す。) で表されるフェニルブロミドにマグネシウムを反応させグリニャール反応剤として後、トリメトキシボランと反応させることによって容易に製造できる。

【0032】

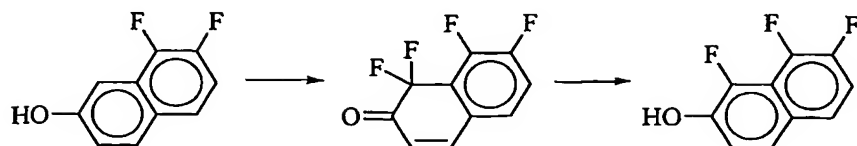
【実施例】

以下、実施例を挙げて本発明を更に詳述するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0033】

(実施例 1) 1,7,8-トリフルオロ-2-ナフトールの製造

【化 1 4】



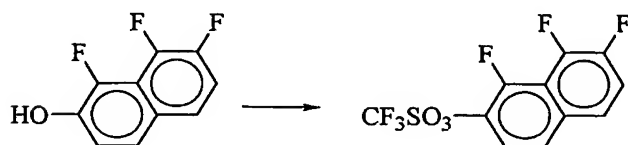
7,8-ジフルオロ-2-ナフトール (26 g) のアセトニトリル (240 ml) 溶液に、N,N'-ジフルオロ-2,2'-ビピリジニウムビス (テトラフルオロボラート) (53 g) を加え、3.5時間加熱還流した。反応液を水にあげ、有機層を分取し、水層を酢酸エチルで3回抽出した。有機層を合わせ、飽和食塩水で2回洗浄し、濃縮し、残渣として1,1,7,8-テトラフルオロ-1,2-ジヒドロナフタレン-2-オンの粗生成物を得た。オートクレーブに先の残渣、5%パラジウム-炭素 (50%含水、5 g)、シリカゲル (5 g) および酢酸エチル (200 ml) を加え、水素圧下 (4 kg/cm²)、室温で4時間攪拌した。反応液をセライトでろ別し、ろ液を濃縮した。残渣をヘキサン/トルエン混合溶媒から再結晶し、1,7,8-トリフルオロ-2-ナフトール (25 g) を淡黄色結晶として得た。

MS m/z: 198 (M⁺, 100)

【0034】

(実施例 2) 1,7,8-トリフルオロナフタレン-2-イルトリフルオロメタンスルホナトの製造

【化 1 5】



【0035】

1,7,8-トリフルオロ-2-ナフトール (10 g)、トリフルオロメタンスルホン酸無水物 (10.3 ml) のジクロロメタン (60 ml) 溶液に、氷冷下でピリジン (10 ml) をゆっくりと滴下し、さらに30分間攪拌した。反応液に水とジクロロメタンをゆっくりと加え、有機層を分取し、水層をジクロロメタンで抽出した。有機層を合わせ、水、10%塩酸、飽和炭化水素ナトリウム水溶液、水、飽和食塩水の順

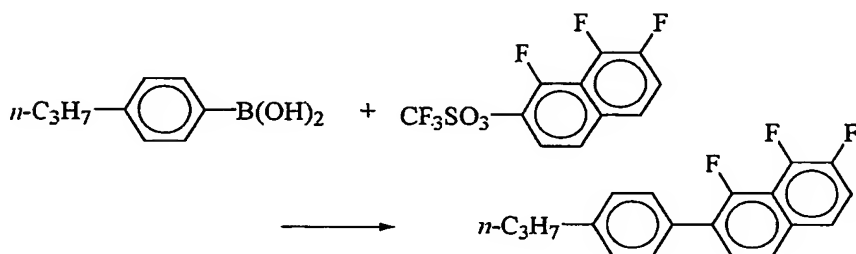
に洗浄し、濃縮した。残渣をカラムクロマトグラフィー（シリカゲル、ヘキサン／酢酸エチル＝19／1）で精製し、1,7,8-トリフルオロナフタレン-2-イルトリフルオロメタンスルホナト（15 g）を淡黄色結晶として得た。

MS m/z : 330 (M^+), 169 (100)

【0036】

（実施例 3）2-(4-プロピルフェニル)-1,7,8-トリフルオロナフタレンの製造

【化 16】



【0037】

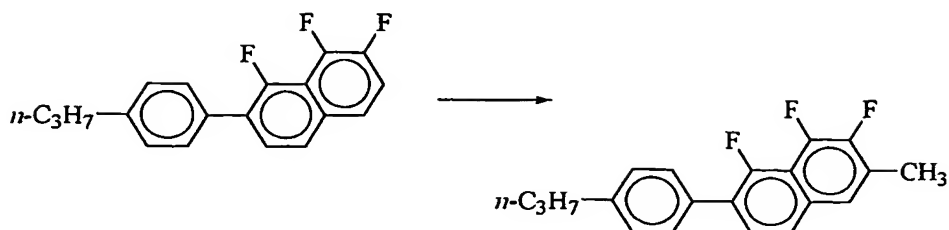
オートクレーブに1,7,8-トリフルオロナフタレン-2-イルトリフルオロメタンスルホナト（15 g）、4-プロピルフェニルホウ酸（11.2 g）炭酸カリウム（18.8 g）、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)（1 g）トルエン（50 ml）、テトラヒドロフラン（50 ml）、水（20 ml）を加え、窒素加圧下（2 kg/cm²）、90℃で4時間反応させた。反応液を水にあげ、有機層を分取し、水層をトルエンで抽出した。有機層を合わせ、10%塩酸、飽和食塩水で洗浄し、濃縮した。残渣を絡むクロマトグラフィー（シリカゲル、ヘキサン）で精製し、2-(4-プロピルフェニル)-1,7,8-トリフルオロナフタレン（13 g）を得た。

MS m/z : 300 (M^+), 271 (100)

【0038】

（実施例 4）2-メチル-6-(4-プロピルフェニル)-3,4,5-トリフルオロナフタレンの製造

【化 17】



【0039】

2-(4-プロピルフェニル)-1,7,8-トリフルオロナフタレン (6.5 g) のテトラヒドロフラン (25 ml) 溶液に -65°C で1.58 Mブチルリチウム/ヘキサン溶液 (16.4 ml) を滴下し、1時間攪拌した。これに、ヨウ化メチル (3.7 g) のテトラヒドロフラン (10 ml) 溶液を30分かけて滴下し、その後室温まで昇温した。反応液に水を加え、攪拌後、少量の塩酸を加え中和し、有機層を分取した。水層を酢酸エチルで抽出し、有機層を合わせ、水、チオ硫酸ナトリウム水溶液、飽和食塩水で洗浄し、濃縮した。残渣をカラムクロマトグラフィー (シリカゲル、ヘキサン) で精製し、エタノールから再結晶 (2回) して、2-メチル-6-(4-プロピルフェニル)-3,4,5-トリフルオロナフタレン (4.8 g) を無色針状晶として得た。

融点 99°C

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) δ 0.99 (t, $J = 7.3$ Hz, 3 H), 1.70 (sextet, $J = 7.3$ Hz, 2 H), 2.49 (s, 3 H), 2.66 (t, $J = 7.3$ Hz, 2 H), 7.2-7.6 (m, 7 H)

MS m/z : 314 (M^+), 285 (100)

【0040】

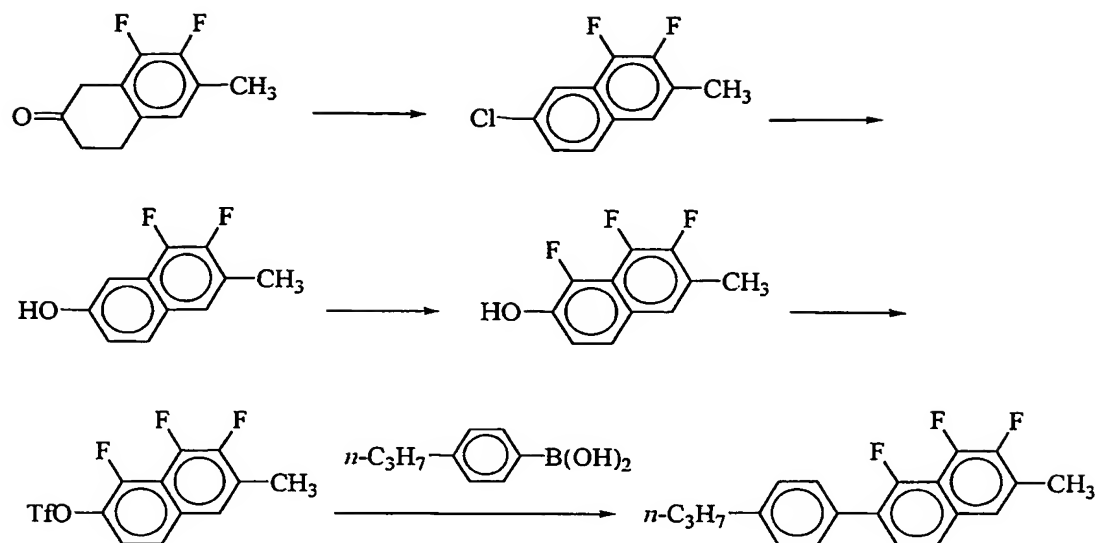
ヨウ化メチルに代えヨウ化エチルを用いる以外は同様にして2-エチル-6-(4-プロピルフェニル)-3,4,5-トリフルオロナフタレンを得た。

この方法では、側鎖(この場合はメチル基)の異なる化合物を製造する場合に、最終工程に使用する原料を変更するのみで他の化合物を得ることができるため効率的である。

【0041】

(比較例 1) 2-メチル-6-(4-プロピルフェニル)-3,4,5-トリフルオロナフタレンの製造

【化 18】



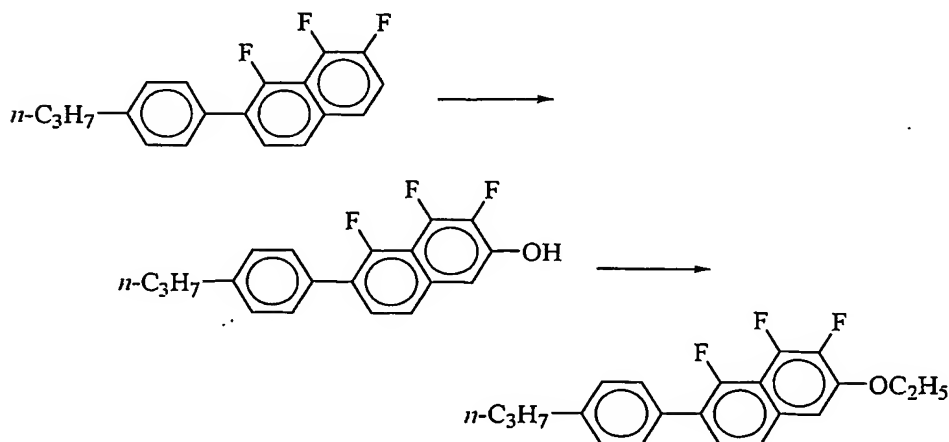
【0042】

7,8-ジフルオロ-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-2-オンを出発原料として、特許文献4に記載の方法で2-メチル-6-(4-プロピルフェニル)-3,4,5-トリフルオロナフタレンの製造を行った。この方法では、2-クロロ-6-メチル-7,8-ジフルオロナフタレンの収率が悪く、工程も長いため効率的な製造はできなかった。又、側鎖(この場合メチル基)が異なった化合物を製造する場合はあらかじめ側鎖の異なった中間体を製造する必要があるため効率が悪かった。

【0043】

(実施例5) 2-エトキシ-6-(4-プロピルフェニル)-3,4,5-トリフルオロナフタレンの製造

【化 19】



【0044】

2-(4-プロピルフェニル)-1,7,8-トリフルオロナフタレン (6.5 g) のテトラヒドロフラン (25 ml) 溶液に-65℃で1.58 Mブチルリチウム/ヘキサン溶液 (16.4 ml) を滴下し、1時間攪拌した。これに、トリメトキシボラン (2.7 g) のテトラヒドロフラン (10 ml) 溶液を30分かけて滴下し、その後0℃まで昇温した。反応液に酢酸 (1.85 ml) および30%過酸化水素 (3 ml) を加え、しばらく攪拌した。反応液に水を加え、有機層を分取し、水層を酢酸エチルで抽出した。有機層を合わせ、水、飽和食塩水で洗浄後、濃縮し、6-(4-プロピルフェニル)-3,4,5-トリフルオロ-2-ナフトール (8.5 g) を得た。

MS m/z : 316 (M^+), 287 (100)

水素化ナトリウム (60%油性、1.3 g) のN,N-ジメチルホルムアミド (5 ml) 懸濁液に、氷冷下、6-(4-プロピルフェニル)-3,4,5-トリフルオロ-2-ナフトール (8.5 g) のN,N-ジメチルホルムアミド (30 ml) 溶液を滴下した。これに、ヨウ化エチル (6.3 g) のN,N-ジメチルホルムアミド (20 ml) 溶液を30分かけて滴下し、さらに30分攪拌した。反応液を水にあげ、チオ硫酸ナトリウムを加えてしばらく攪拌した。有機層を分取し、水層を酢酸エチルで抽出後、有機層を合わせ、飽和食塩水で洗浄し、濃縮した。残渣をカラムクロマトグラフィー (シリカゲル、トルエン) で精製し、エタノールから再結晶 (3回) して、2-エトキシ-6-(4-プロピルフェニル)-3,4,5-トリフルオロナフタレン (3.8 g) を無色針状晶として得た。

融点 122℃

^1H NMR (CDCl_3) δ 0.99 (t, $J = 7.3$ Hz, 3 H), 1.55 (t, $J = 7.1$ Hz, 3 H), 1.72 (broad sextet, $J = 7.6$ Hz, 2 H), 2.65 (t, $J = 7.6$ Hz, 2 H), 4.23 (q, $J = 7.1$ Hz, 2 H), 7.0-7.6 (m, 7 H)

MS m/z : 344 (M^+), 287 (100)

【0045】

【発明の効果】

本発明の、1,7,8-トリフルオロ-2-ナフトール誘導体及び2-フェニル-1,7,8-トリフルオロナフタレン誘導体を用いた液晶化合物の製造方法を提供することによ

り、従来困難であったトリフルオロナフチレン基を有する液晶化合物が効率的に製造することが可能となった。

【書類名】

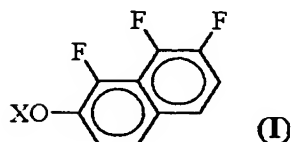
要約書

【要約】

【課題】 誘電率異方性が負の液晶材料の製造中間体として有用な1,7,8-トリフルオロ-2-ナフトール誘導体及び2-フェニル-1,7,8-トリフルオロナフタレン化合物を提供し、これを用いた液晶化合物の製造方法を提供する。

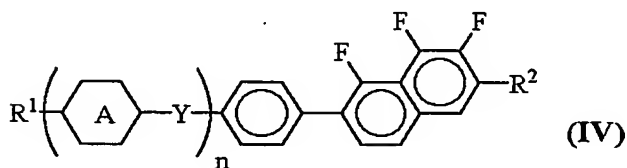
【解決手段】 一般式 (I)

【化1】



で表されるナフトール誘導体を提供し、これにボロン酸誘導体を触媒存在下反応させ、これをアルキル化またはアルコキシル化する一般式 (IV)

【化2】



で表されるトリフルオロナフタレン化合物の製造方法。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 2 8 2 8 8 7
受付番号	5 0 2 0 1 4 5 2 5 6 4
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0 0 9 5
作成日	平成 1 4 年 9 月 3 0 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成14年 9月27日
-------	-------------

次頁無

特願 2002-282887

出願人履歴情報

識別番号

[000002886]

1. 変更年月日

1990年 8月17日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都板橋区坂下3丁目35番58号

氏 名

大日本インキ化学工業株式会社